

SIMPLIFICAÇÃO DO MÉTODO DE KJELDAHL PARA A DETERMINAÇÃO DE N-TOTAL DE SOLOS TROPICAIS

Washington de Oliveira Barreto ¹

Marie Elisabeth Christine Claessen ²

Solos minerais cultivados apresentam em geral teores de N-total variando de 0,06 a 0,5% nos horizontes superficiais, enquanto que nos horizontes inferiores esses teores decrescem a níveis abaixo de 0,02%. No caso dos solos orgânicos, o N aumenta com a elevação do teor de matéria orgânica, podendo chegar a 2,5%.

O N-total determinado pelo método clássico de Kjeldahl inclui formas orgânicas combinadas decorrentes da variada composição da matéria orgânica presente no solo. Os teores de N sob forma de NO_2^- e NO_3^- ocorrem em quantidades insignificantes em solos cauliniticos, predominantes nas regiões tropicais, devido aos intensos processos de transformações biológicas e grande lixiviação, não sendo incorporados aos valores de N-total durante a digestão. Pode-se afirmar que nestes casos o N-orgânico é praticamente o N-total. Vermiculitas e ilitas fixam teores significativos de N sob forma de NH_4^+ , tornando-se importantes na disponibilidade de N em solos de baixo grau de intemperismo. Por serem pouco freqüentes nas amostras de solos altamente intemperizados, quase nada contribuem na composição do N-total destes solos.

A metodologia de Kjeldahl atualmente empregada na determinação do N-total requer a transformação prévia do N-orgânico em N-amoniacal, denominada mineralização. Esta etapa é conduzida pelo aquecimento da amostra de solo contendo matéria orgânica com uma mistura oxidante sulfocúprica, acrescida de K_2SO_4 ou Na_2SO_4 para elevar o ponto de ebulição da solução, que ocorre à temperatura aproximada de 300°C.

A temperatura para a digestão da amostra de solo deve ser bem controlada, não devendo ultrapassar 350°C para evitar perdas do N sob forma de NH_4^+ mineralizado, que se decompõe a partir desta temperatura liberando NH_3 . O extrato produzido na digestão é

¹ Pesquisador, Eng. Agrôn., Ph.D., EMBRAPA-Centro Nacional de Pesquisa de Solos (CNPS), Rua Jardim Botânico, 1.024, CEP 22460-000 Jardim Botânico, Rio de Janeiro, RJ.

² Pesquisadora, M.Sc., EMBRAPA-CNPS.

colocado em uma câmara de difusão ³ contendo um recipiente sobre tripé de porcelana com solução de H_3BO_3 e indicador misto (vermelho de metila e verde de bromocresol). Posteriormente, alcaliniza-se o extrato e mantém-se a câmara totalmente hermética por uma noite para permitir que o NH_3 desprendido seja complexado com o H_3BO_3 . O N-total é, finalmente, determinado por titulação com solução padrão de HCl ou H_2SO_4 diluído.

Como o tempo necessário à completa oxidação da amostra varia substancialmente com os teores e estágios de decomposição da matéria orgânica, quanto menor for o tempo gasto na mineralização da amostra, maior será a quantidade de amostras que pode ser processada nos laboratórios que determinam o N-orgânico (N-total) pelo método de Kjeldahl.

Visando simplificar o método, 20 amostras de horizontes superficiais correspondentes a algumas das principais classes de solos ocorrentes no Brasil (Tabela 1), contendo teores de matéria orgânica variando de 0,45 a 40,86%, foram estudadas quanto ao tempo de aquecimento (30, 60 e 120 minutos) e às concentrações de selênio como catalisador (25, 50, 75 e 100mg), perfazendo 12 tratamentos considerados em triplicata.

Os resultados obtidos mostram que o tempo para mineralização completa da amostra pode ser reduzido a 30 minutos com a adição de 25mg de selênio à mistura oxidante. Por outro lado, doses mais elevadas (50, 75 e 100mg de Se) tendem a bloquear parte do nitrogênio mineralizado e a subestimar os valores determinados (Tabela 1).

As amostras de solos orgânicos (SO), conforme os dados mostrados na Tabela 1, só alcançaram a mineralização completa com a adição de 25mg de Se, após o aquecimento por 2 horas, quando a tomada da amostra foi de 700mg. A partir de testes complementares, verificou-se ser possível a redução do tempo de mineralização para 1 hora com a tomada de amostra de 200mg, mantendo-se a adição de catalisador em 25mg. No caso de amostras com elevados teores de matéria orgânica, o tempo para a completa mineralização deve ser prolongado para 60 minutos e a tomada de amostra deve ser reduzida de 700 para 200mg com a finalidade de se obter, nestas condições, a cor esverdeada indicativa da mineralização completa da amostra, sem o aumento da concentração do catalisador (25mg de Se). Do total de amostras estudadas somente as duas últimas, conforme Tabela 1, necessitaram deste tratamento. Este deve ser aplicado a amostras com teores de matéria orgânica superiores a 20%.

³ A câmara de difusão apresenta vantagem sobre a destilação para o trabalho em série, porque, uma vez mineralizadas todas as amostras, estas podem ser determinadas simultaneamente, bastando para isso empregar-se tantas baterias quanto for o número de amostras processadas.

TABELA 1. Efeitos do tempo e do catalisador sobre a mineralização no teor de N-total.

Amostra		30 Minutos				60 Minutos				120 Minutos			
Solo	M.O. %	25mg Se	50mg Se	75mg Se	100mg Se	25mg Se	50mg Se	75mg Se	100mg Se	25mg Se	50mg Se	75mg Se	100mg Se
LVH	6,21	0,31	0,32	0,32	0,30	0,32	0,34	0,31	0,30	0,33	0,33	0,32	0,30
LVH	1,07	0,08	0,08	0,08	0,06	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,06
LVd	2,36	0,10	0,10	0,09	0,09	0,09	0,10	0,09	0,09	0,09	0,10	0,09	0,09
LVd	0,45	0,05	0,04	0,04	0,03	0,04	0,04	0,03	0,03	0,04	0,03	0,03	0,03
LVd	2,14	0,10	0,09	0,09	0,08	0,10	0,09	0,10	0,08	0,10	0,10	0,10	0,09
LVd	0,85	0,06	0,05	0,05	0,05	0,06	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
LVd	4,55	0,24	0,23	0,21	0,20	0,23	0,22	0,21	0,20	0,24	0,21	0,20	0,19
LVd	0,45	0,05	0,05	0,05	0,04	0,05	0,04	0,05	0,04	0,04	0,04	0,05	0,04
LVHa	5,33	0,21	0,19	0,18	0,16	0,20	0,19	0,16	0,16	0,19	0,18	0,16	0,16
LVHa	0,96	0,06	0,05	0,05	0,04	0,06	0,05	0,04	0,04	0,06	0,04	0,04	0,03
TREe	2,98	0,15	0,14	0,12	0,11	0,15	0,14	0,13	0,12	0,15	0,14	0,13	0,12
TREe	0,52	0,08	0,08	0,07	0,06	0,07	0,06	0,06	0,04	0,07	0,06	0,05	0,04
LRe	4,12	0,24	0,22	0,20	0,19	0,24	0,21	0,16	0,19	0,22	0,21	0,20	0,19
LRe	1,12	0,11	0,10	0,09	0,06	0,11	0,09	0,06	0,06	0,09	0,09	0,07	0,06
PEle	1,41	0,12	0,11	0,10	0,08	0,12	0,08	0,07	0,06	0,10	0,09	0,08	0,07
PEle	1,05	0,10	0,09	0,08	0,08	0,10	0,08	0,07	0,05	0,10	0,09	0,08	0,07
PEId	6,02	0,40	0,38	0,35	0,29	0,38	0,33	0,30	0,26	0,36	0,33	0,30	0,29
PEId	2,65	0,13	0,12	0,11	0,10	0,12	0,11	0,10	0,09	0,11	0,09	0,08	0,07
SO	40,86	1,28	1,18	1,07	0,95	1,36	1,20	1,15	0,96	1,54	1,46	1,39	1,31
SO	31,03	0,67	0,64	0,60	0,58	0,74	0,62	0,59	0,55	0,84	0,81	0,76	0,70

LVH - Latossolo Vermelho-Amarelo Húmico

LRe - Latossolo Roxo eutrófico

LVd - Latossolo Vermelho-Amarelo distrófico

PEle - Podzólico Vermelho-Escuro Latossólico eutrófico

LVHa - Latossolo Vermelho-Amarelo Húmico álico

PEId - Podzólico Vermelho-Escuro Latossólico distrófico

TREe - Terra Roxa Estruturada similar eutrófica

SO - Solo Orgânico

Pelos dados apresentados na Tabela 1, com a adição de 25mg de Se como catalisador, o tempo para completa mineralização pode ser reduzido a 30 minutos, mantendo-se a tomada de amostra a 700mg para a grande maioria dos solos, salvo para amostras de solos ricos em matéria orgânica ($> 20\%$), onde é recomendada a redução da amostra para 200mg com o tempo de mineralização em 60 minutos.

Tiragem: 500 exemplares